

J.W. PRICE 949/261.8433
HIROSHI NISHIZATO et.al.

FUJ2-BM12

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 7月26日

出願番号

Application Number:

特願2000-225445

出願人

Applicant(s):

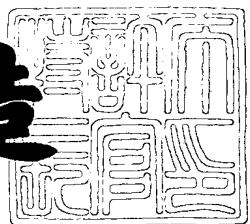
株式会社エステック

Y
J

2000年 8月25日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3067740

【書類名】 特許願

【整理番号】 T4237PR

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区上鳥羽鉢立町11番5 株式会社エヌ
テック内

【氏名】 西里 洋

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区上鳥羽鉢立町11番5 株式会社エヌ
テック内

【氏名】 宮本 英顕

【特許出願人】

【識別番号】 000127961

【氏名又は名称】 株式会社エヌテック

【代理人】

【識別番号】 100074273

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤本 英夫

【電話番号】 06-6352-5169

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成11年特許願第260819号

【出願日】 平成11年 9月14日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 017798

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9718150

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 液体材料気化方法および装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体材料とキャリアガスとを、液体流量制御機能を備えた制御バルブ内の気液混合部において流量制御しながら混合し、このときの気液混合体を流量制御部の近傍に形成されたノズル部から放出して液体材料を減圧気化させるようにしたことを特徴とする液体材料気化方法。

【請求項2】 液体流量制御機能を備えた制御バルブに、液体材料を収容した原料タンクおよびこの原料タンクからの液体材料の流量を計測する液体用流量計を備えた液体材料供給ラインと、キャリアガス供給源およびキャリアガスの流量を制御する気体用流量制御装置を備えたキャリアガス供給ラインとを互いに独立して接続する一方、前記制御バルブ内に気液混合部およびノズル部を互いに近接して形成し、前記液体材料供給ラインによって制御バルブ内に導入される液体材料を流量制御しながら前記気液混合部においてキャリアガス供給ラインによって制御バルブ内に導入されるキャリアガスと混合し、このときの気液混合体を前記ノズル部から放出して減圧する事により液体材料を気化し、この気化によって生じたガスをキャリアガスとともに前記ノズル部の下流側のガス導出路から取り出すようにしたことを特徴とする液体材料気化装置。

【請求項3】 制御バルブにおける液体材料の流量制御を、液体用流量計の出力またはガス導出ラインに設けられた気体用流量計の出力に基づいて行うようにしてなる請求項2に記載の液体材料気化装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、例えば半導体製造において用いるテトラエトキシシランなどの液体材料を気化する方法および装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来の液体材料気化装置として、例えば特公平7-84662号公報に記載さ

れたように、流量制御機能を備えた制御バルブ内において液体材料を気化するようにしたものがある。図9は、この液体材料気化装置の主要部を示す図で、この図において、70は流量制御機能を備えた制御バルブで、その弁本体71内には、上部に開口した凹部72が形成されている。そして、73は凹部72を閉塞するように設けられる駆動部で、凹部72内で昇降するプランジャ74を備えている。また、75は弁本体71の底面中央から上方に突出した突部76の上部に形成された弁シートである。さらに、77は可撓性のダイヤフラムで、凹部72内を、プランジャ74を含む上部空間78と弁シート75を含む下部空間79とに機密に区画するとともに、プランジャ74の下降により弁シート75の上面に密着されるように構成されている。

【0003】

そして、図9において、80は液体材料導入路で、弁本体71底面中央から弁シート75上面のダイヤフラム77が密着する部位まで上下に貫通するように形成されている。また、81はキャリアガス導入路、82は混合ガス導出路で、いずれも、ダイヤフラム77が弁シート75の上面に密着されたとき弁シート75の周囲に形成される空間に連通するように形成されている。

【0004】

上記構成の制御バルブ70においては、液体材料タンク（図示していない）からの液体材料83を流量制御しながら液体材料導入路80内を上方に誘導して制御バルブ70内に供給するとともに、キャリアガス源（図示していない）からの高温（例えば70°C）のキャリアガス84をキャリアガス導入路81を介して制御バルブ70内に導入し、前記液体材料83を高温のキャリアガス84に接触させることにより気化して液体材料83を原料ガスとし、この原料ガスをキャリアガス84と混合して、この混合ガス85を混合ガス導出路82を経て制御バルブ70外に導出するようにしている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記液体材料気化装置においては、キャリアガス84の活用効率が悪く、液体材料83を効率よくしかも常に安定して気化させることができな

いといった欠点がある。これを、図10および図11を参照しながら説明する。

【0006】

まず、図10は、弁シート75の開状態における液体材料83およびキャリアガス84の流れを示すもので、キャリアガス導入路81を経て下部空間79に導入されたキャリアガス84は、図中の矢印84aで示すように、弁シート75の上面とダイヤフラム77との間を流れ、液体材料導入路80内を上方に誘導される液体材料83に接触するものもあるが、大部分は、図中の矢印84bで示すように、弁シート75およびその下方の突部76を迂回するように流れる。このような流れの結果、導入された高温のキャリアガス84が液体材料83の気化促進にそれほど寄与せず、局所的な液体の上記分圧が飽和状態に近い状態となり、そのため結露が生じやすい。

【0007】

そして、上記液体材料気化装置においては、制御バルブ70への液体材料83の導入量が増えると、その気化が安定に行われないといった不都合がある。すなわち、制御バルブ70にキャリアガス84の導入量を一定に保持しながら、液体材料83の制御バルブ70への導入量を段階的に増加させていったときの、制御バルブ70から導出されるガス流量の変化を観察したところ、図11に示すような結果が得られた。

【0008】

すなわち、図11において、符号aは、キャリアガス84の導入量を示し、この例では2000cc／分である。そして、符号bは、液体材料（例えばエタノール）83の導入量の変化を示し、この例では、0.2cc／分から段階的に1.0cc／分まで変化させている。また、図中の符号cは、制御バルブ70から導出されるガスの流量変化を電圧変化として表したものである。この図11から、エタノール83の導入量が比較的少ない間は、ガス流量は安定して変化しているが、前記導入量が増大すると、オーバーシュートが生じたり変動が激しくなることが判る。

【0009】

この発明は、上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、液体材料の

気化を常に効率よくかつ安定して行わせることができる液体材料気化方法および装置を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、この発明の液体材料気化方法は、液体材料とキャリアガスとを、液体流量制御機能を備えた制御バルブ内の気液混合部において流量制御しながら混合し、このときの気液混合体を流量制御部の近傍に形成されたノズル部から放出して液体材料を減圧気化させるようにしている（請求項1）。

【0011】

そして、この発明では、上記液体材料気化方法をより具体的に実施するための装置として、液体流量制御機能を備えた制御バルブに、液体材料を収容した原料タンクおよびこの原料タンクからの液体材料の流量を計測する液体用流量計を備えた液体材料供給ラインと、キャリアガス供給源およびキャリアガスの流量を制御する気体用流量制御装置を備えたキャリアガス供給ラインとを互いに独立して接続する一方、前記制御バルブ内に気液混合部およびノズル部を互いに近接して形成し、前記液体材料供給ラインによって制御バルブ内に導入される液体材料を流量制御しながら前記気液混合部においてキャリアガス供給ラインによって制御バルブ内に導入されるキャリアガスと混合し、このときの気液混合体を前記ノズル部から放出して液体材料を減圧気化し、この気化によって生じたガスをキャリアガスとともに前記ノズル部の下流側のガス導出路から取り出すようにしたもの用いている（請求項2）。

【0012】

上記制御バルブにおける液体材料の流量制御は、液体用流量計の出力またはガス導出路に連なるガス導出ラインに設けられた気体用流量計の出力に基づいて行うようにすればよい（請求項3）。

【0013】

この発明においては、液体材料とキャリアガスとを、液体流量制御機能を備えた制御バルブ内の気液混合部において流量制御しながら混合し、この気液混合体をノズル部で瞬間に減圧し、液体材料を効率よくしかも安定した状態で気化す

ることができる。

【0014】

【発明の実施の形態】

この発明の実施の形態を、図面を参照しながら説明する。図1は、この発明の液体材料気化装置の全体構成を概略的に示すもので、この図において、1は液体流量制御機能を備えた制御バルブ（その構成は、後で詳しく説明する）で、例えば、その左側面部には、液体材料供給ライン2が接続され、右側面部にはキャリアガス供給ライン3が接続され、下側面部には、ガス導出ライン4が接続されている。

【0015】

前記液体材料供給ライン2は、次のように構成されている。すなわち、5は液体材料供給ライン2に設けられる原料タンクで、その内部には液体材料LMが気密に収容され、その上流側には、レギュレータ6を有する不活性ガス供給管7が接続されている。そして、N₂、He、Arなどの不活性ガスが原料タンク5内の上部空間に図中のINより供給されることにより、液体材料LMが液体材料供給ライン2に押し出されるように構成されている。8は開閉弁9を介して原料タンク5の下流側に設けられる液体用流量計で、原料タンク5側から流れてくる液体材料LMの流量を計測するものである。この液体用流量計8として例えば公知の液体マスフローメータを用いることができる。そして、この液体用流量計8の検出結果は、装置全体を制御したり、検出信号などに基づいて演算を行う装置制御部10に送出される。なお、11は液体用流量計8と制御バルブ1との間に介装される開閉弁である。

【0016】

前記キャリアガス供給ライン3は、次のように構成されている。すなわち、12はキャリアガス供給ライン3の上流側に設けられるキャリアガス供給源で、N₂、He、Arなどの不活性ガスのいずれかをキャリアガスCGとして供給するもので、その下流側には、開閉弁13を介してレギュレータ14が設けられ、さらに、開閉弁15を介して気体用流量制御装置16が設けられている。この気体用流量制御装置16は、制御バルブ1に対して供給されるキャリアガスCGが一

定量になるように制御するもので、装置制御部10からの制御信号に基づいて開度が調節される。この気体用流量制御装置16として例えば公知の気体マスフローコントローラを用いることができる。なお、17は気体用流量制御装置16と制御バルブ1との間に介装される開閉弁である。

【0017】

前記ガス導出ライン4は、次のように構成されている。18はガス導出ライン4に介装される気体用流量計で、制御バルブ1からのガス（後述するように、液体材料LMが気化して生じたガスとキャリアガスCGとの混合ガス）の流量を計測するもので、その計測結果は装置制御部10に送られる。この気体用流量計18として例えば公知のガスマスフローメータを用いることができる。そして、この気体用流量計18の下流側には、開閉弁19を介してユースポイントとしての反応炉20が設けられている。この反応炉20は、例えばCVD装置などの半導体製造装置である。21は反応炉20に接続される吸引ポンプである。

【0018】

次に、前記制御バルブ1について、図2～図5を参照しながら説明する。まず、図2において、22は例えば直方体形状の本体ブロックで、ステンレス鋼などのように耐熱性および耐腐食性に富む素材よりなる。この本体ブロック22の内部には、3つの流路23、24、25が形成されている。

【0019】

前記流路23は、液体材料LMを後述する気液混合部39に導入するもので、この液体材料導入路23は、その一端が本体ブロック22の左側面に開口し、他端が本体ブロック22の上面に開口するよう、逆L字型を呈している。そして、流路24は、キャリアガスCGを気液混合部39に導入するもので、このキャリアガス導入路24は、その一端が本体ブロック22の右側面に開口し、他端が本体ブロック22の上面に開口するよう、L字型を呈している。また、流路25は、ガス導出路として機能するもので、このガス導出路25は、その一端が本体ブロック22の下面に開口し、他端が本体ブロック22の適宜位置までほぼ一直線に形成され、その上端側は後述するノズル部42を介して気液混合部39に連なっている。

【0020】

さらに、26は本体ブロック22全体を加熱するヒータで、例えばカートリッジヒータよりなり、ガス導出路25の近傍に着脱自在に内蔵されている。27は本体ブロック22の温度を検出する温度センサとしての熱電対である。

【0021】

そして、28、29は本体ブロック22の左右の側面にシール部材30を介して着脱自在に設けられる接続ブロックで、各ブロック28、29には、液体材料導入路23、キャリアガス導入路24とそれぞれ連通する流路28a、29aが形成されており、液体材料導入路23、キャリアガス導入路24のそれぞれがブロック28、29を介して外部の液体材料供給ライン2、キャリアガス供給ライン3と接続されるようになっている。なお、図2においては、ガス導出路25と外部のガス導出ライン4との接続構造については示していないが、適宜の接続部材を用いて所定の接続が行われることはいうまでもない。

【0022】

次に、上記本体ブロック22の上面における構成を、図2～図4を参照しながら説明する。図2において、31は弁ブロックで、本体ブロック22の上面22aにOリング32を介して載置され、例えばステンレス鋼などのように熱伝導性および耐腐食性の良好な素材からなる。この弁ブロック31と前記上面22aとの間に、液体流量制御機能を有するバルブ本体33が形成される。すなわち、弁ブロック31の内部空間34に、ダイヤフラム35がばね36によって常時上方に付勢されるようにして設けられている。

【0023】

ここで、前記本体ブロック22の上面22aにおける構成を、図3および図5を参照しながら説明すると、37は前記上面22aのほぼ中央部に形成されるバルブシートで、二つの環状の隔壁37a、37bよりなり、ダイヤフラム35とともにバルブ本体33を構成するものである。そして、両バルブシート37a、37bによって囲まれた平面視環状の凹部38は、液体材料導入路23の下流側の開口23aを含むように形成され、液流路として機能する。

【0024】

また、内側のバルブシート37aによって囲まれた平面視円形の凹部39には、図5に示すように、その直径上にキャリアガス導入路24の下流側の開口24aと、ガス導出路25への孔40とが開設されるとともに、これらの開口24aおよび孔40を含む浅い細長い溝41が形成されており、開口24aから流入するキャリアガスCGと、内側のバルブシート37aとダイヤフラム35との間の隙間から流入する液体材料LMとが混合されるように構成され、気液混合部として機能する。

【0025】

そして、42は前記孔40とガス導出路25との間に形成されるノズル部で、このノズル部42は、その直径および長さはかなり小さく、例えば直径は1.0mm以下、長さは1.0mm以下である。また、このノズル部42は、気液混合部39とできるだけ近接して設ける。そして、このノズル部42においては、気液混合部39において生じた気液混合体Mがガス導出路25に放出され、これにより、気液混合体Mに含まれる液体材料LMが減圧される事によりガス化され、このガスはキャリアガスCGと混合して混合ガスKGとなる。

【0026】

なお、図3において、43は外側のバルブシート37b外側に形成されるOリング溝で、前記Oリング32が装填される。

【0027】

そして、前記ダイヤフラム35は、耐熱性および耐腐食性が良好かつ適當な弾性を有する素材よりなり、図4(A), (B)に示すように、軸部35aの下方にバルブシート37aの上面と当接または離間する弁部35bが形成されるとともに、この周囲に薄肉部35cを備え、さらに、この薄肉部35cの周囲に厚肉部35dを備えてなるもので、常時はばね36によって上方に付勢されることにより、弁部35bがバルブシート37aからは離間しているが、軸部35aに下方向への押圧力が作用すると、弁部35bがバルブシート37aと当接する方向に変移するように構成されている。

【0028】

44はダイヤフラム35を下方に押圧してこれを歪ませるアクチュエータで、

この実施の形態においては、弁ブロック31の上部に立設されたハウジング45内に複数の圧電素子を積層してなるピエゾスタック46を設け、このピエゾスタック46の下方の押圧部47をダイヤフラム35の軸部35aに当接させたピエゾアクチュエータに構成されている。

【0029】

上述のように構成された液体材料気化装置の動作について説明する。この、不活性ガスを原料タンク5に供給すると、原料タンク5内の液体材料LMが加圧され、液体材料LMは液体材料供給ライン2を制御バルブ1方向に流れる。この液体材料LMの流量は、液体流量計8で計測され、この計測結果は、装置制御部10に入力される。そして、前記液体材料LMは、制御バルブ1内に導入される。そして、液体流量設定信号に応じた流量となるように、装置制御部10から制御信号が制御バルブ1に送られる。これにより、ピエゾアクチュエータ44が動作して、バルブ本体33の開度を調整する。これにより、制御バルブ1内に導入された液体材料LMは、図3に示すように、液体材料導入路23を経て液流路38に至り、さらに、図3および図5に示すように、液流路38からバルブシート37aとダイヤフラム35の弁部35bとの隙間を経て、適宜の温度になっている気液混合部39に入る。

【0030】

一方、キャリアガス供給源12からのキャリアガスCGは、気体用流量制御装置16において流量制御されて制御バルブ1方向に送られ、この制御バルブ1内の気液混合部39に送られる。制御バルブ1内に導入されたキャリアガスCGは、図3に示すように、キャリアガス導入路24を経て気液混合部39に入る。

【0031】

前記気液混合部39に入った液体材料LMとキャリアガスCGは互いに混合される。特に、気液混合部39に細長い溝41が形成されており、液体材料LMがこの溝41に流れこみながらキャリアガスCGと混合されるので、両者LM、CGが十分に混ざり合った気液混合体Mとなる。

【0032】

そして、前記気液混合体Mは、気液混合部39の孔40を経てノズル部42か

らガス導出路25に向けて放出される。このとき、気液混合体Mのなかの液体材料LMが瞬間に減圧されてガスとなる。このガスは、気液混合体M中のキャリアガスCGと混合し、混合ガスKGとなってガス導出路25を下流側に流れいく。このとき、ガス導出路25は、ヒータ26によって加熱されているので、結露が生ずることはない。

【0033】

なお、前記キャリアガスCGは、前記ノズル部42の手前（上流側）において、圧力が高い状態となり、前記ヒータ26によって効率良く加熱・昇温されることになる。また、このように、キャリアガスCG自体の加熱効率が上昇するだけでなく、前記液体材料LMは、ノズル部42において強制的にキャリアガスCGと混合されることから、前記キャリアガスCGから液体材料LMへの熱伝達が効率良く行われることになる。これらのことから、前記ヒータ26から液体材料LMへの熱の伝達効率が上昇するため、液体材料LMの気化効率があがるとともに、気化した液体材料LMの流量を大きくし、液体材料LMを気化させるために必要な温度の低温化、ひいてはエネルギーコストの削減を図ることが可能となる。

【0034】

また、前記気液混合体Mが気液混合部39からガス導出路25の下流側に向かう過程において、前記ノズル部42から放出され、気化した液体材料LMのガス濃度は、前記キャリアガスCGの存在によって低下することになり、これに伴って、気化した液体材料LMがガス導出路25内において液化・結露することを防止するために必要な温度も下がることから、ひいては、ガス導出路25を加熱するためのエネルギーコストを削減することが可能となる。また、前記液体材料LMは、ノズル部42からガス導出路25へ放出されて気化するときに、断熱膨張することによって熱を失うため、通常は気化効率が低下するが、本実施例においては、液体材料LMが失った熱を、液体材料LMと混合するキャリアガスCGによって補うことができ、これにより、液体材料LMの気化効率の向上が達成できる。

【0035】

そして、前記混合ガスKGは、ガス導出路25の下流側のガス導出ライン4を

経てユースポイントである反応炉20に供給される。このとき、混合ガスKGの流量は、ガス導出ライン4に介装された気体用流量計18によって計測され、その結果は装置制御部10に送られる。

【0036】

上述のように、この発明の液体材料気化装置は、液体流量制御機能を備えた制御バルブ1内に形成した気液混合部39において、液体材料LMを流量制御しながらキャリアガスCGと混合し、このときの気液混合体Mを、気液混合部39に近接するノズル部42から放出して液体材料LMを減圧し気化するようにしているので、良好に混合された状態の気液混合体Mをノズル部42から放出することができ、気液混合体M中の液体材料LMを効率よくしかも安定した状態で気化し、一定濃度の蒸気を含むガスを安定して供給できる。

【0037】

なお、本発明の液体材料気化装置では、液体材料LMの反応炉20までの運送を、高速で流すことが可能なキャリアガスCGにのせる（混合する）ことで行っていることから、液体材料LMを反応炉20まで高速で送ることができ、高速応答が要求される場合にも対応することができる。

【0038】

図6は、上記液体材料気化装置によって、液体材料LMをガス化したときに得られた測定データで、制御バルブ1にキャリアガスCGの導入量を一定に保持しながら、液体材料LMの制御バルブ1への導入量を段階的に増加させていったときの、制御バルブ1から導出される混合ガスKGの変化を観察した結果を表すものである。

【0039】

すなわち、キャリアガスCGを2000cc／分とし、液体材料LMとしてエタノールを1cc／分で反応炉20に供給する場合、制御バルブ1のヒータ26の温度が80℃のとき、ノズル部42の径を0.3mm、長さ0.6mmとすることにより、気液混合部39の圧力が30kpa程度となる。このとき気液混合部39における気液混合体Mをノズル部42から放出して、気液混合体M中の液体材料LMを減圧気化して反応炉20に供給したときの状態を観察したものであ

る。

【0040】

この図6において、符号Aは、キャリアガスCGの導入量を示し、この例では2000cc／分である。そして、符号Bは、液体材料LMとしてのエタノールの導入量の変化を示し、この例では、0.2cc／分から段階的に1.0cc／分まで変化させている。また、図中の符号Cは、制御バルブ1から導出される混合ガスKG流量変化を電圧変化として表したものである。

【0041】

上記図6から、気体用流量計18の出力Cが、エタノール0.2cc／分～1.0cc／分の間で安定しており、このことから液体材料LMの気化が安定して行われていることが判る。つまり、上記構成の液体材料気化装置によれば、従来の気化装置よりも多くの液体材料LMを安定して気化し、所望のガスを発生させることができる。

【0042】

そして、上記液体材料気化装置においては、制御バルブ1における液体材料LMの流量制御を、液体用流量計8の出力に基づいて行うようにしているので、気液混合部39に対して液体材料LMを最適量供給することができる。

【0043】

この発明は、上述の実施の形態に限られるものではなく、種々に変形して実施することができる。すなわち、液体材料導入路23やキャリアガス導入路24は、必ずしも鉤型状に形成する必要はなく、ストレートであってもよい。そして、ヒータ26はプレートヒータであってもよく、ヒータ26による加熱温度は、液体材料LMの種類などに応じて適宜設定できる。また、このヒータ26は、本体ブロック22の気液混合部39やガス導出路25の近傍を加熱できるようにしてあればよく、特に、ノズル部42から液体材料LMを放出することにより減圧させガスを好適に生成できる程度にしてあればよい。

【0044】

そして、制御バルブ1における液体材料LMの流量制御を、ガス導出ライン4に設けられた気体用流量計18の出力に基づいて行うようにしてもよく、このよ

うにした場合、より精度よく液体材料LMの流量を制御することができる。

【0045】

また、アクチュエータ44として、電磁式のものやサーマル式のものを用いてもよい。

【0046】

さらに、液体材料LMは、エタノールに限るものではなく、例えば、ペンタエトキシタンタル(PETa)や、トリメチルホスペイト(TMPO)などでもよい。また、液体材料LMは、常温常圧で液体状態であるものに限られるものではなく、常温常圧で気体であっても適宜加圧することにより常温で液体となるようなものであってもよい。

【0047】

しかも、反応容器20は真空容器でもよく、この場合ガス導出ライン4は減圧となってもよい。

【0048】

図7は、上記液体材料気化装置によって、液体材料LMとしてのトリメチルホスペイト(TMPO)をガス化したときに得られた測定データで、キャリアガスCGとしてのN₂の制御バルブ1への導入量を一定に保持しながら、前記液体材料LMの制御バルブ1への導入量を瞬間に増加および低下させたときの、制御バルブ1から導出される混合ガスKGの変化を観察した結果を表すものである。

【0049】

すなわち、前記キャリアガスCGを3.0L/分、前記液体材料LMを0.033cc/分で反応炉20に供給する場合であって、制御バルブ1のヒータ26の温度を70°Cとし、気液混合部39における気液混合体Mをノズル部42から放出して、気液混合体M中の液体材料LMを減圧気化して反応炉20に供給したときの状態を観察したものである。なお、図7に示す各グラフにおいて、横軸は時間、縦軸は液体用流量計8および气体用流量計18の出力の大きさを表している。

【0050】

前記トリメチルホスペイト（TMPO）を、従来の液体材料気化装置によつて0.033cc／分で流して気化発生させるには、130度という温度が必要であったが、このような高い温度ではTMPOが自己分解し、分解物が制御バルブ1に堆積し、詰まるという問題があった。しかし、本発明の液体材料気化装置によれば、TMPOの自己分解がほとんど行われない70度で、TMPOを0.3cc／分で流して気化発生させることができるのであり、また、このとき、TMPOの流量をゼロから0.033cc／分にまで瞬間に増加させたときの液体用流量計8の出力の変化と、TMPOの流量を0.033cc／分からゼロにまで瞬間に低下させたときの液体用流量計8の出力の変化とに、気体用流量計18の出力が追従していることから明らかなように、TMPOの気化は安定して行われている。

【0051】

図8は、バルブシート37付近におけるTMPOの分解物の付着状態を比較して示す説明図であり、同図（A）は、従来の液体材料気化装置を用いて、前記キャリアガスCGを3.0L／分、前記液体材料LMを0.033cc／分で14時間供給する場合であつて、バルブシート付近の温度を130℃としたときの結果、同図（B）は、本発明の液体材料気化装置を用いて、前記キャリアガスCGを3.0L／分、前記液体材料LMを0.033cc／分で14時間供給する場合であつて、バルブシート37付近の温度を130℃としたときの結果、同図（C）は、本発明の液体材料気化装置を用いて、前記キャリアガスCGを3.0L／分、前記液体材料LMを0.033cc／分で20時間供給する場合であつて、バルブシート37付近の温度を70℃としたときの結果をそれぞれ示している。

【0052】

図8（A）および（B）から、温度を130度とした場合には、本発明の液体材料気化装置を用いてもバルブシート37付近におけるTMPOの分解物の付着が生じるが、従来の液体材料気化装置を用いた場合に比べ、その付着面積が小さくなることがわかる。また、図8（C）から、本発明の液体材料気化装置を用い、かつ温度を70度とした場合には、バルブシート37付近におけるTMPOの

分解物の付着がほとんど生じないことがわかる。

【0053】

すなわち、本発明の液体材料気化装置によれば、液体を気化させるために必要な加熱温度を下げることができ、高温で分解する液体材料を気化させる場合などであってもその分解を抑えることが可能となる。

【0054】

【発明の効果】

以上説明したように、この発明においては、液体材料とキャリアガスとを、液体流量制御機能を備えた制御バルブ内の気液混合部において流量制御しながら混合し、この気液混合体をノズル部において減圧するようにしているので、液体材料を効率よくしかも安定した状態で気化することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

この発明に係る液体材料気化装置の全体構成を概略的に示す図である。

【図2】

前記液体材料気化装置における制御バルブの一例を示す縦断面図である。

【図3】

前記制御バルブにおける要部の構成を示す縦断斜視図である。

【図4】

前記制御バルブの動作説明図で、(A)はバルブの閉状態を示す図、(B)はバルブの開状態を示す図である。

【図5】

前記気液混合部の動作説明図である。

【図6】

前記液体材料気化装置による気化状態を説明するための図である。

【図7】

前記液体材料気化装置によるトリメチルホスペイトの気化状態を説明するための図である。

【図8】

(A)、(B)および(C)は、バルブシート付近におけるトリメチルホスペ
エイトの分解物の付着状態を比較して示す説明図である。

【図9】

従来の液体材料気化装置の要部を示す縦断面図である。

【図10】

前記従来の液体材料気化装置の動作説明図である。

【図11】

前記従来の液体材料気化装置による気化状態を説明するための図である。

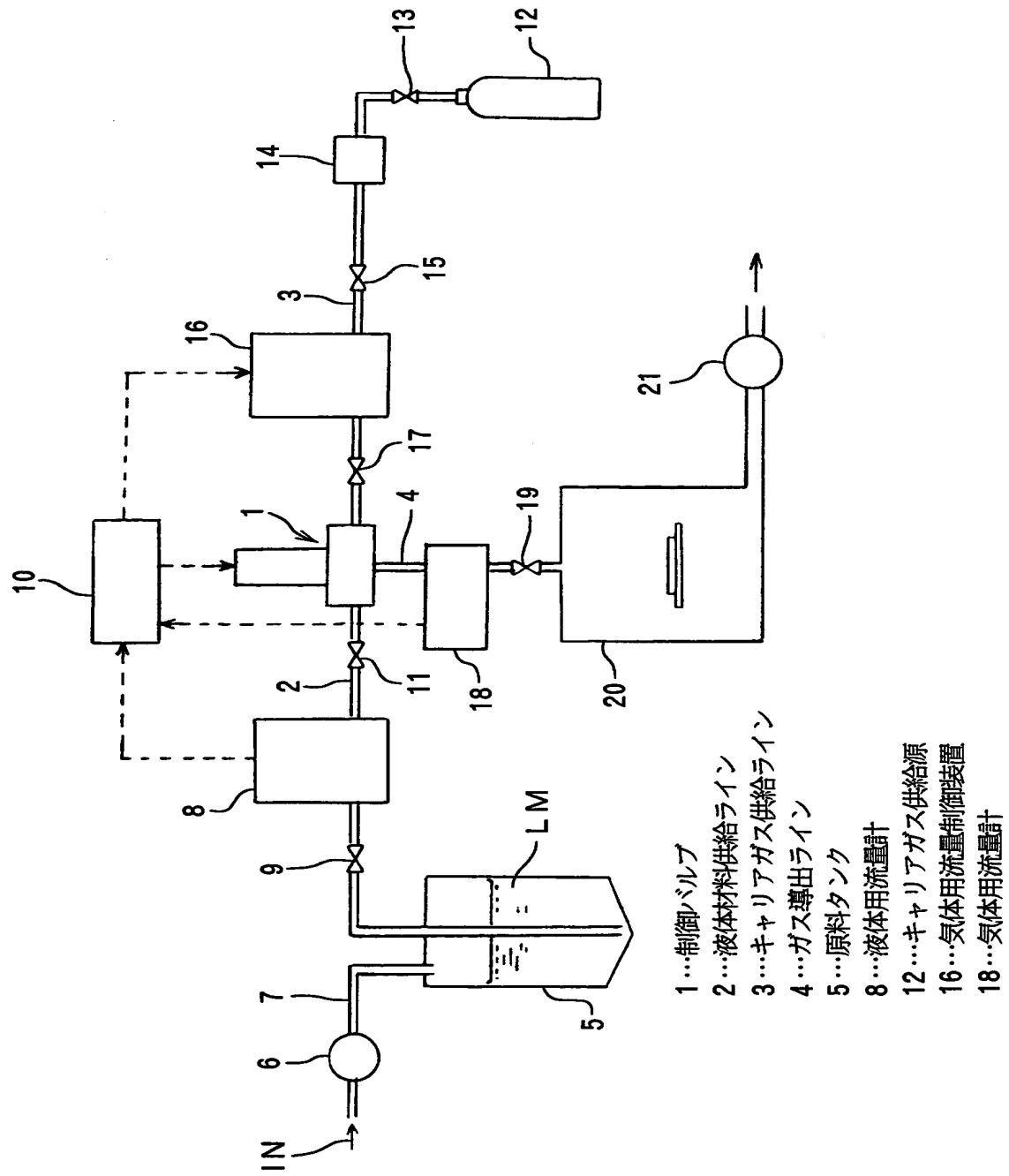
【符号の説明】

1…制御バルブ、2…液体材料供給ライン、3…キャリアガス供給ライン、4…ガス導出ライン、5…原料タンク、8…液体用流量計、12…キャリアガス供給源、16…気体用流量制御装置、18…気体用流量計、25…ガス導出路、39…気液混合部、42…ノズル部、LM…液体材料、CG…キャリアガス、M…気液混合体、KG…混合ガス。

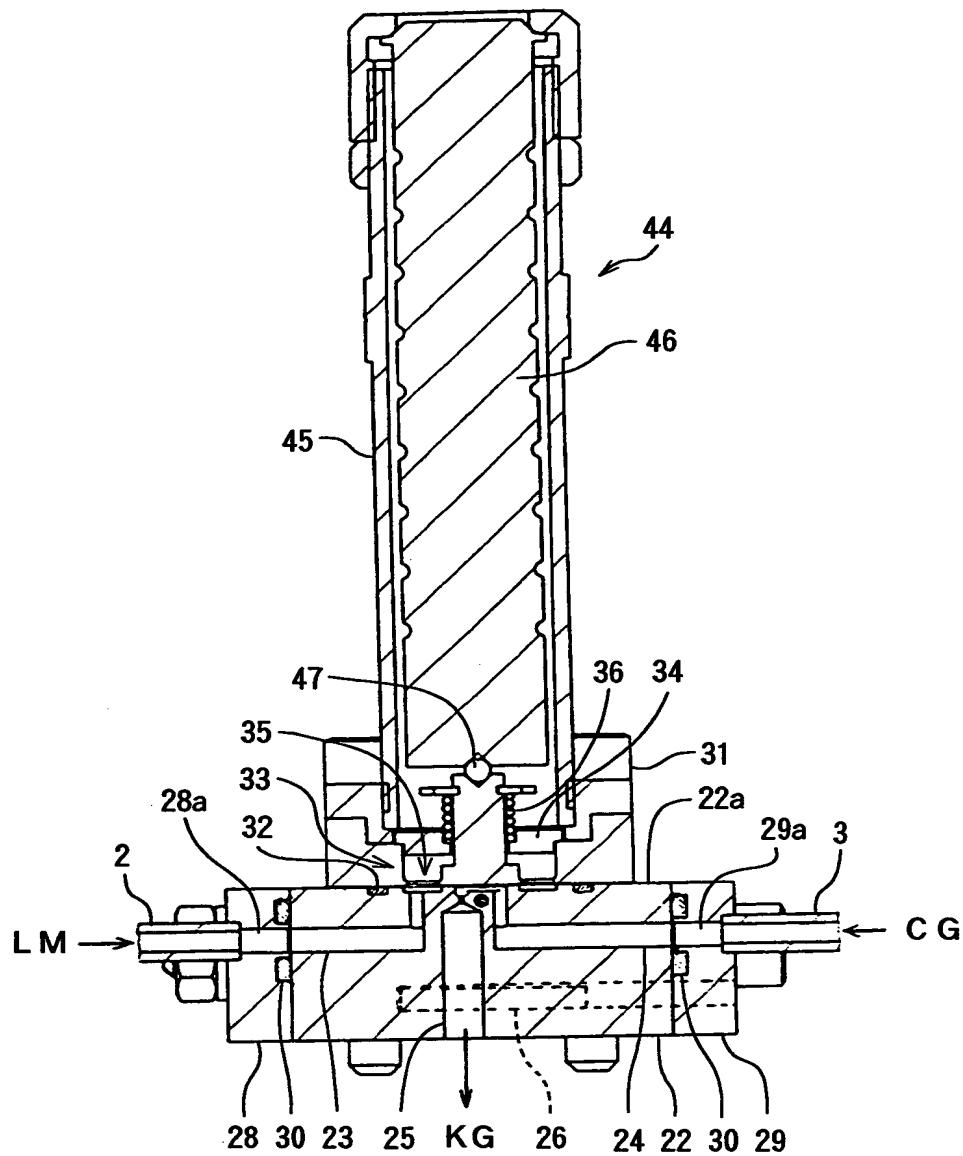
【書類名】

四面

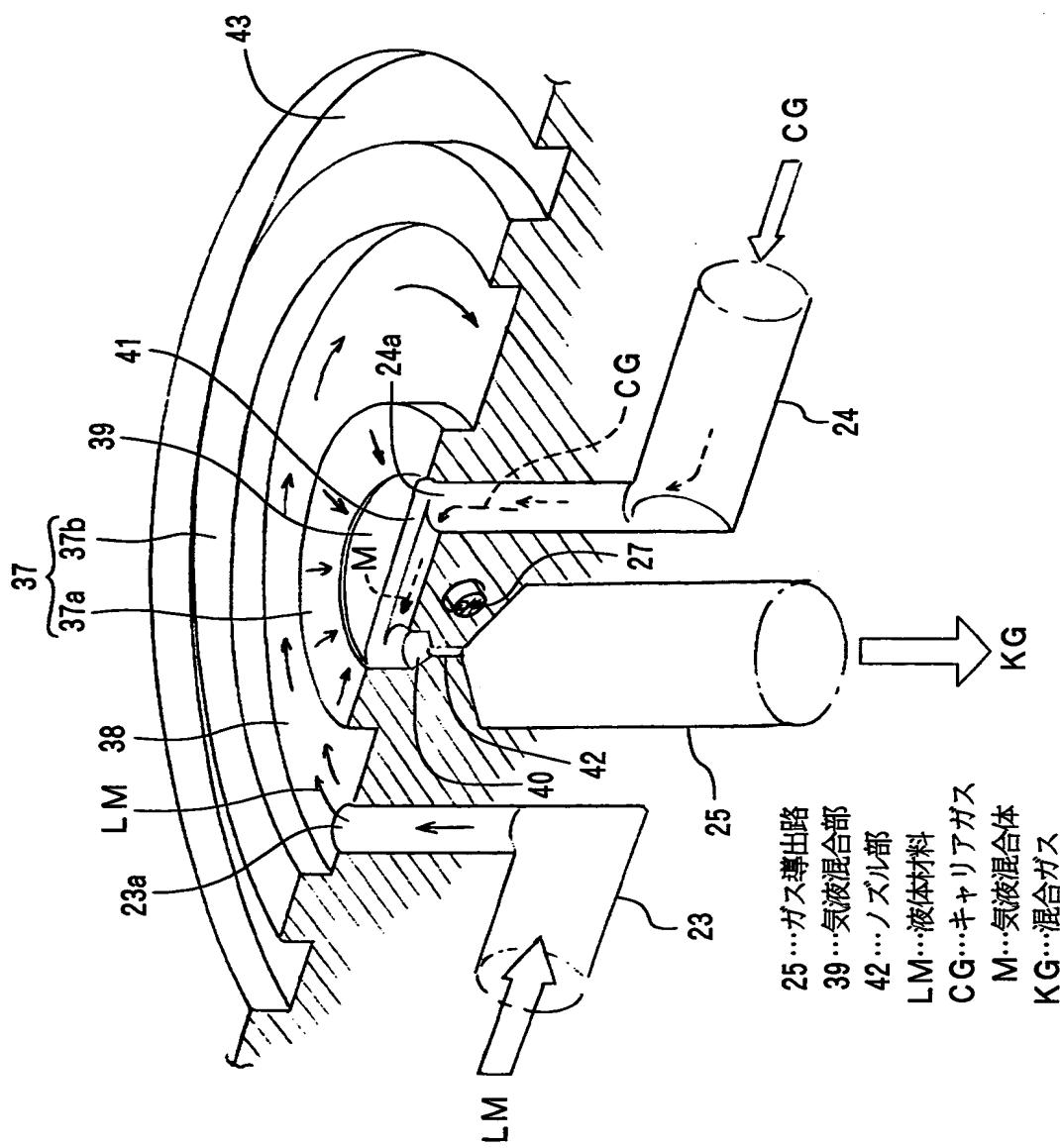
【図1】



【図2】

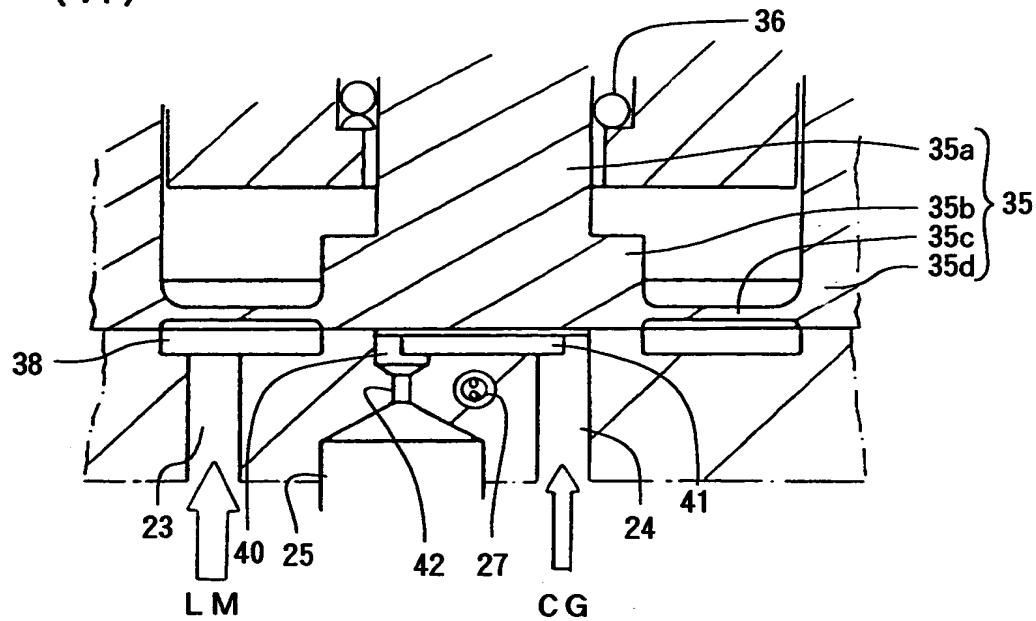


【図3】

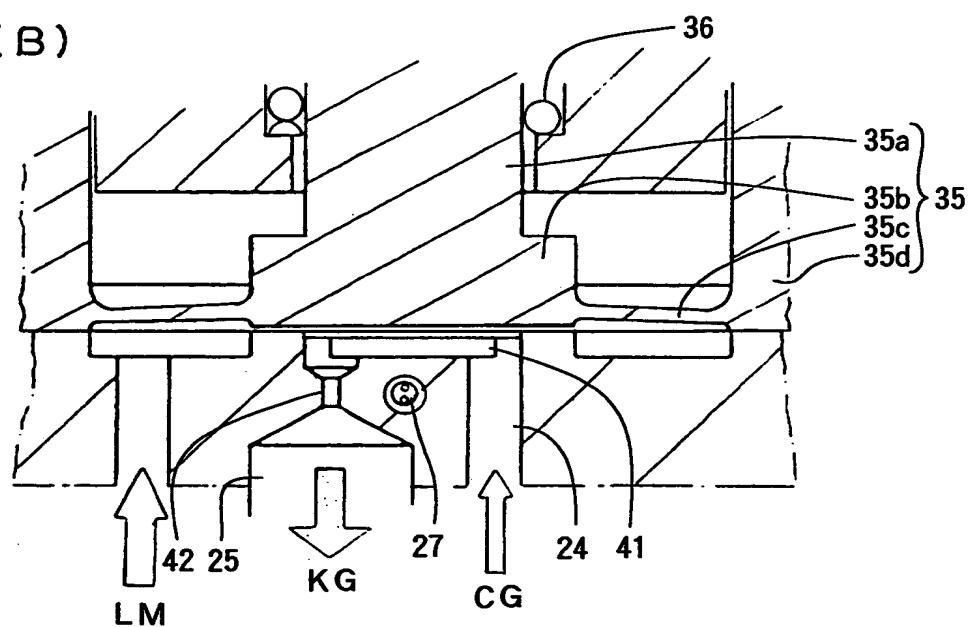


【図4】

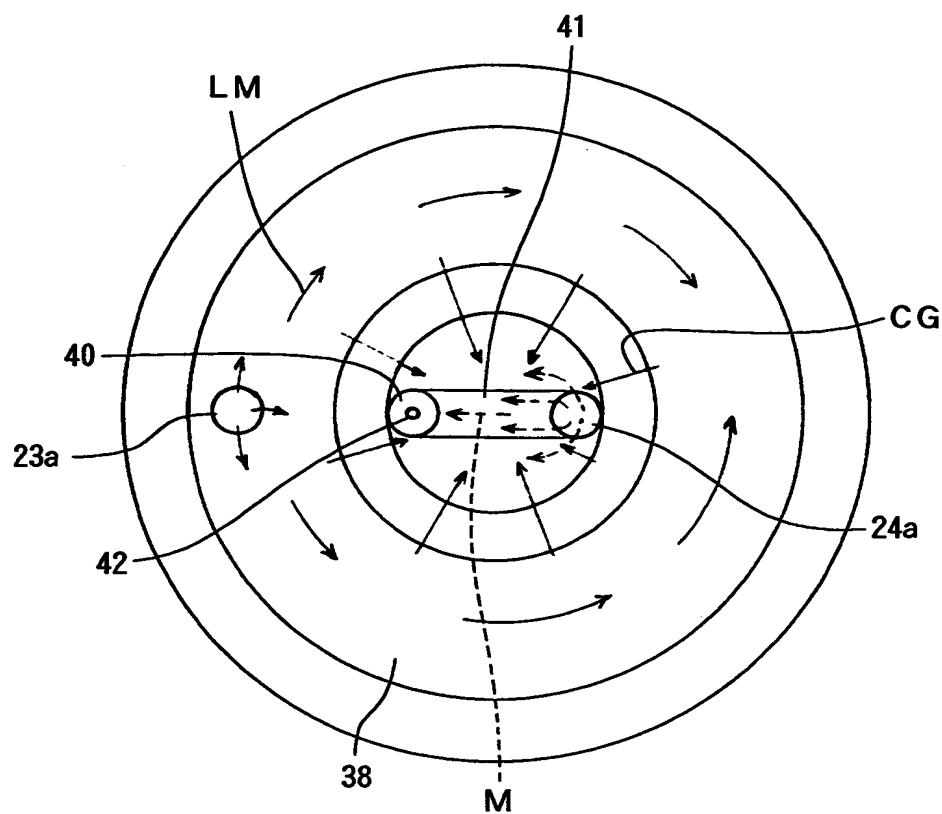
(A)



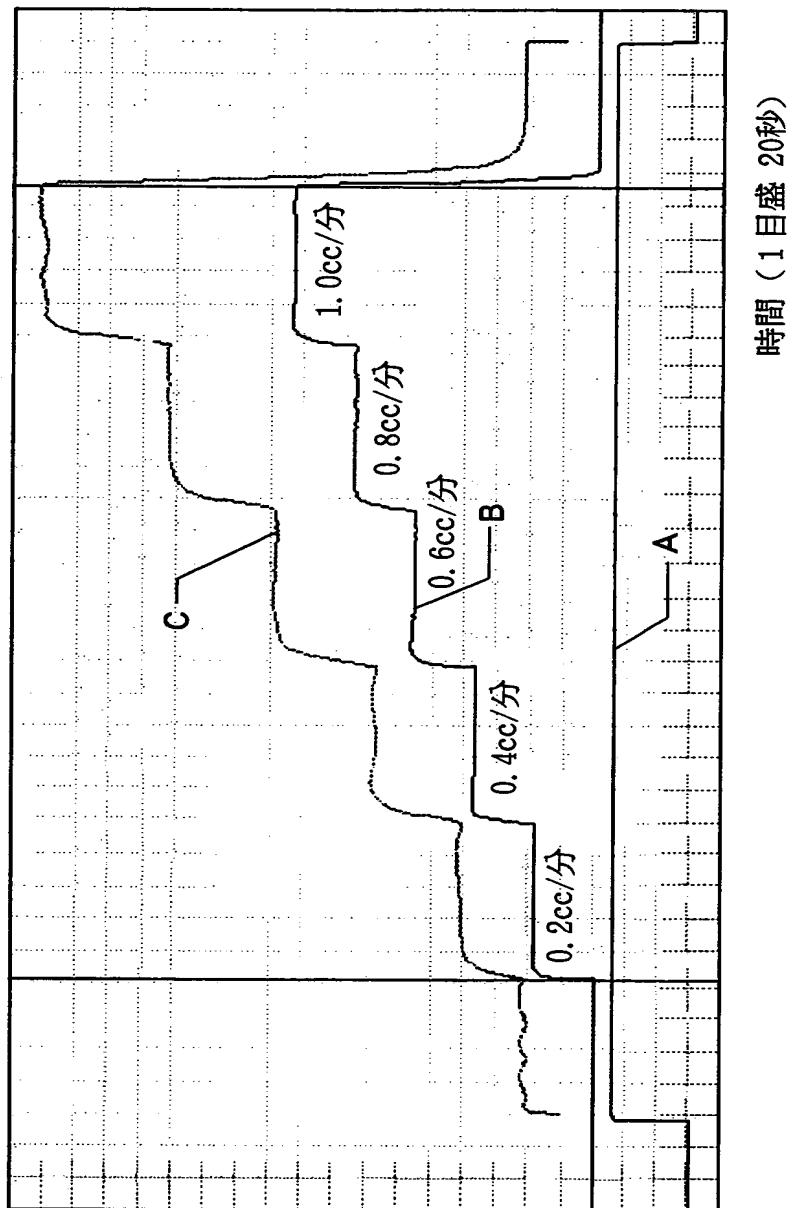
(B)



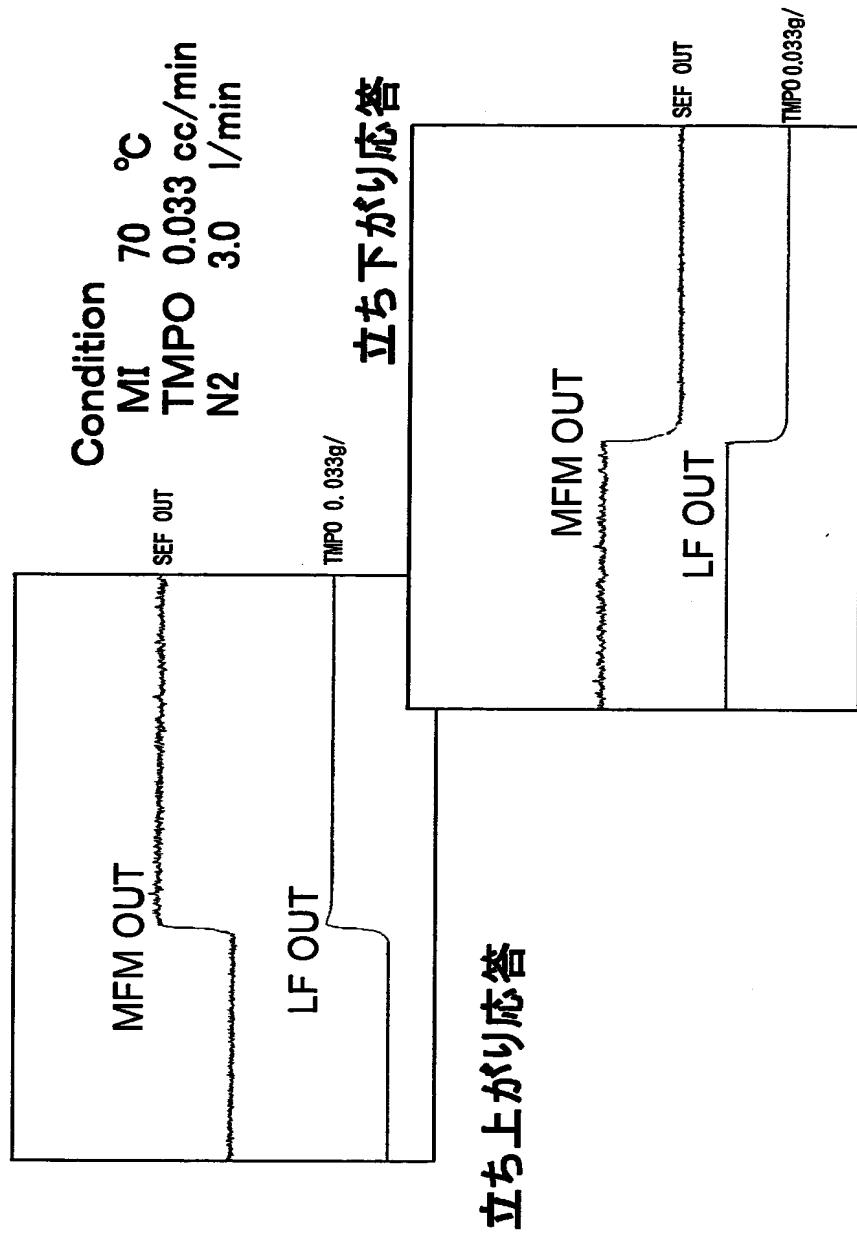
【図5】



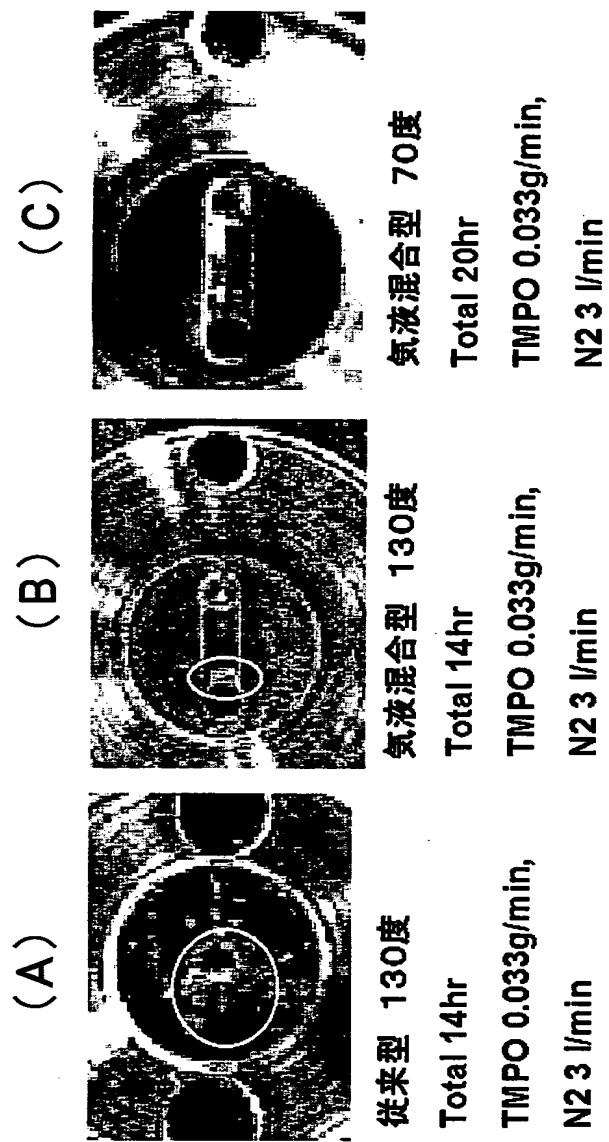
【図6】



【図7】

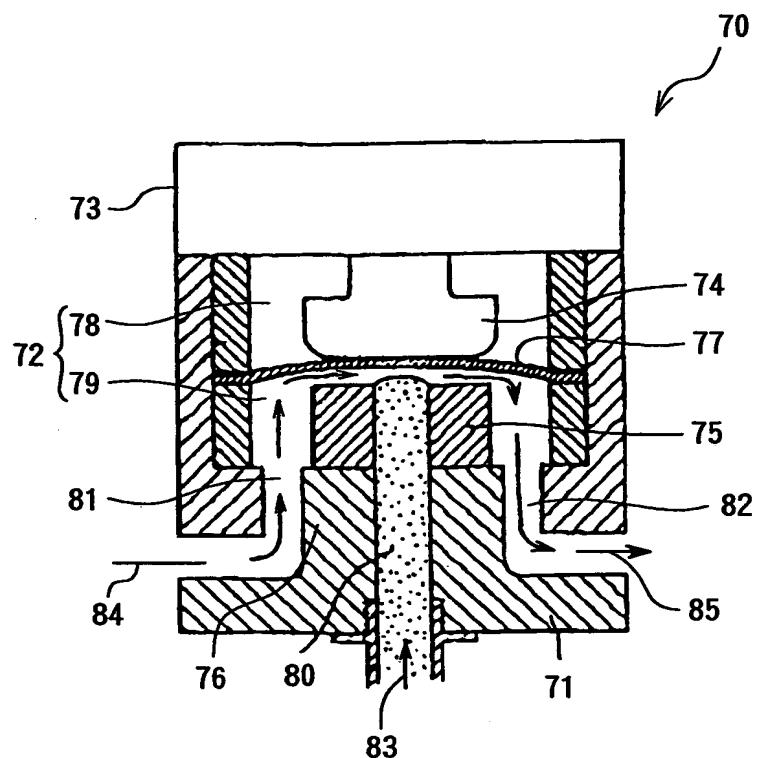


【図8】

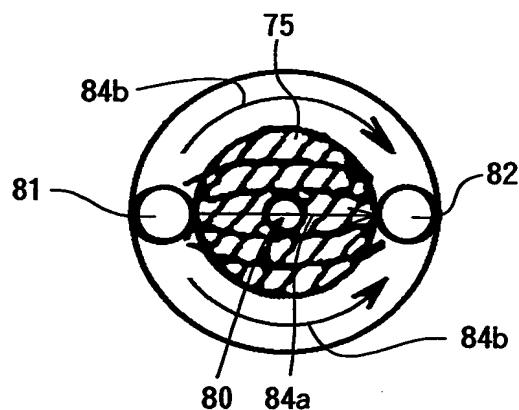


バルブシート面への固形物の残り / ○囲い部分

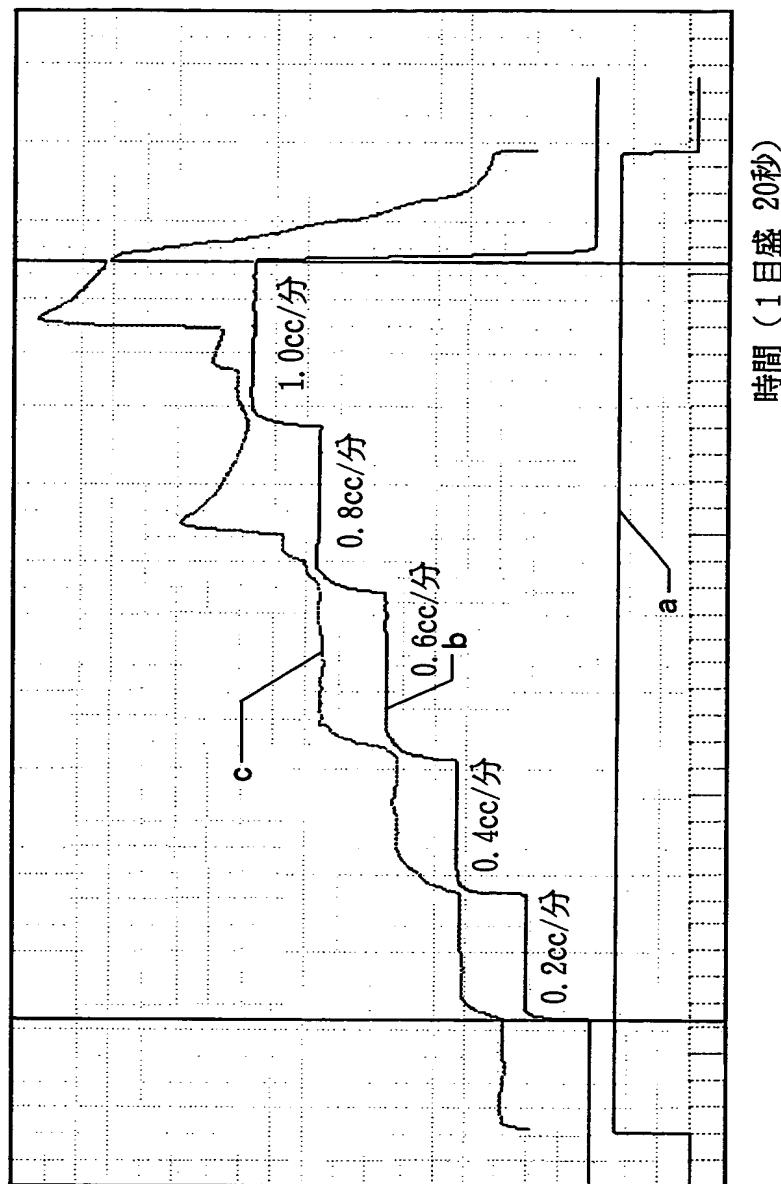
【図9】



【図10】



【図11】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 液体材料の気化を常に効率よくかつ安定して行わせることができる液体材料気化方法および装置を提供すること。

【解決手段】 液体材料LMとキャリアガスCGとを、液体流量制御機能を備えた制御バルブ1内の気液混合部39において流量制御しながら混合し、このときの気液混合体Mを流量制御部39の近傍に形成されたノズル部42から放出して液体材料LMを減圧気化させる。

【選択図】 図3

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-225445
受付番号	50000944553
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0097
作成日	平成12年 7月31日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年 7月26日

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000127961]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
氏 名 株式会社エステック